

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re patent application of:	)	Atty. Ref.: SEPPO-P003-US
Lars GRONROOS et al.	)	
	)	Group Art Unit: Not Yet Assigned
Application No.: Not Yet Assigned	)	
	)	Examiner: Not Yet Assigned
Filed: September 23, 2004	)	
	)	
FIBROUS WEB AND PROCESS FOR THE	)	
PRODUCTION THEREOF	)	September 23, 2004

**STATEMENT AS TO PRIORITY OF APPLICATION**

Commissioner for Patents  
 P.O. Box 1450  
 Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

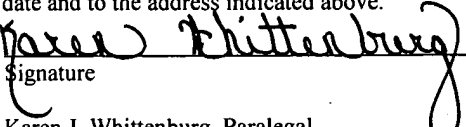
The undersigned hereby claims that the presently-filed U.S. application is a National Phase application claiming the priority under 35 U.S.C. §120 of PCT Application No. PCT/FI03/00229 filed March 25, 2003, which PCT application claims priority to Finnish Application No. 20020566 filed March 25, 2002.

Respectfully submitted,



Kevin R. Erdman, Reg. No. 33,687  
 Baker & Daniels  
 300 North Meridian Street, Suite 2700  
 Indianapolis, Indiana 46204  
 Telephone: (317) 237-1029  
 Facsimile: (317) 237-1000  
 e-mail: [Kevin.Erdman@bakerd.com](mailto:Kevin.Erdman@bakerd.com)

KRE/KJW

CERTIFICATE OF MAILING/TRANSMISSION (37 C.F.R. 1.10)	
Express Mail Label Number: <b>EF 227 665 075 US</b>	
I hereby certify that the papers indicated above are being deposited with the United States Postal Service "Express Mail Post Office to Addressee" service under 37 C.F.R. § 1.10 on the date and to the address indicated above.	
<u>September 23, 2004</u> Date of Deposit	 Signature <u>Karen J. Whittenburg, Paralegal</u> Printed Name of Person Mailing Paper and/or Fee

Helsinki 19.5.2003

Rec'd PCT/PTO 23 SEP 2004

REC'D 10 JUN 2003

WIPO PCT

ETUOIKEUSTODISTUS  
PRIORITY DOCUMENT

10/509291

Hakija  
Applicant

Innoface Consulting Oy  
Tampere

Patenttihakemus nro  
Patent application no

20020566

Tekemispäivä  
Filing date

25.03.2002

Kansainvälinen luokka  
International class

D21H

Keksinnön nimitys  
Title of invention

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

"Kuitupitoinen rata ja menetelmä sen valmistamiseksi"

Hakemus on hakemusdiaariin 23.05.2002 tehdyn merkinnän mukaan  
siirtynyt Timson Oy:lle, kotipaikka Espoo.

The application has according to an entry made in the register  
of patent applications on 23.05.2002 been assigned to Timson Oy, Espoo

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä  
Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä,  
patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the  
description, claims, abstract and drawings originally filed with the  
Finnish Patent Office.

*Marketta Tehikoski*  
Marketta Tehikoski  
Apulaistarkastaja

Maksu 50 €  
Fee 50 EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti-  
ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry  
No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and  
Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500  
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

Telefax: 09 6939 5328  
Telefax: + 358 9 6939 5328

## Kuitupitoinen rata ja menetelmä sen valmistamiseksi

Esillä oleva keksintö liittyy täyteaineeseen ja sen käyttöön kuitumateriaalin valmistuksessa. Erityisesti keksintö koskee patenttivaatimuksen 1 johdannon mukaista täyteainetta sisältävää kuitupitoista rataa.

Keksintö koskee myös patenttivaatimuksen 12 johdannon mukaista menetelmää täyteainetta sisältävän kuitupitoisen radan valmistamiseksi sekä patenttivaatimuksen 19 johdannon mukaista menetelmää hyvän vetolujuuden omaavan kuituradan palonkesto-ominaisuuksien parantamiseksi.

- 10 Paperin valmistukseen liittyy useita, osittain ristiriitaisiakin, tavoitteita. Niinpä valmiille lopputuotteelle halutaan saada mm. mahdollisimman hyvät optiset ominaisuudet, kuten hyvä vaaleus, pinnan tasaisuus, stabiilisuus, kiilto ja opasiteetti. Täyteaineita käytetään parantamaan näitä ominaisuuksia. Täyteaineita käyttämällä voidaan myös alentaa raaka-
- 15 ainekustannuksia, koska useimmat täyteaineet ovat halvempia kuin paperissa käytetty kuituraaka-aine.

- Tavalliset täyteaineet eli fillerit ovat jauhemaisia, hienojakoisia jauheita. Ne on valmistettu luonnonmineraaleista tai synteettisesti. Fillerit jaetaan ylensä mineraalifillereihin, erikoispigmentteihin ja muihin fillereihin. Tavallisimmat mineraalifillerit ovat kaoliini, talkki ja kalsiumkarbonaatti. Erikoispigmentteihin kuuluvat mm. strukturoitu kaoliini,
- 20 synteettiset silikaatit, titaanidioksidit, alumiinihydroksidi ja muutamat orgaaniset pigmentit. Muita täyteaineita ovat esimerkiksi kipsi, satiinivalkoinen ja barium- ja sinkkisulfaatit.

- Täyteainemäärän kasvattamisen yleisimmät tarpeet paperiteollisuudessa ovat täyteaineen selluloosaa halvempi hinta sekä parempi läpinäkyvyyttä, opasiteettiä. Kuiturata (esim.
- 25 paperi) pyritään saamaan mahdollisimman läpikuultamattomaksi eli opaakiksi mahdollisimman ohuella päällystekerroksella. Paperilla täytyy myös olla hyvät mekaaniset ominaisuudet, kuten hyvä sileys sekä korkea kuiva- ja märkäljuuus.

- Täyteaineen käyttöön liittyy kuitenkin myös epäkohtia. Käytetty täyteaine aiheuttaa lopputuotteen mekaanisten ominaisuuksien, varsinkin lujuuden huononemista.
- 30 Paperitekniikassa yleisesti hyväksytyn säännön mukaan korvattaessa paperissa selluloosaa

täyteaineella paperin lujuus laskee n. kaksi - kolme kertaa täyteainelisäyksen verran, eli kun paperiin on lisätty 10 % täyteainetta, sen lujuus on 20-30 % alempi kuin pelkkää sellua sisältävän, vastaavanpainoisen paperin. Täyteaineen partikkelikoko ja -muoto vaikuttaa lujuuden alenemaan, suuri partikkelikoko alentaa lujuutta vähemmän kuin pieni.

- 5 Lujuusominaisuuksien huononeminen ei johdu ainoastaan selluloosan määrän vähenemisestä. Täyteainelisäys vähentää selluloosan määrää 10 %, mistä johtuva lujuuden lasku olisi vain 10 %. Loput 10-20 % lujuudesta menetetään pääasiassa täyteaineen selluloosakuitujen välisiä sidoksia haittaavan vaikutuksen vuoksi. Täyteainepartikkelit asettuvat osittain kuitujen väliin, jolloin kuitujen sitoutuminen toisiinsa mm. vetysidosten välityksellä vähenee. Tämä aiheuttaa osaltaan lujuusominaisuuksien huononemisen.

- 15 Todettakoon vielä, että käytettäessä massiivipartikkeleita fillerinä esiintyy se erityisongelma, että täytetyn tai päällystetyn tuotteen paino kasvaa, koska massiivipartikkeleilla on suuri tiheys. Tällä seikalla voi olla haitallista vaikutusta tuotteen käyttöön tai taloudellisuuteen. Mikäli samat ominaisuudet voitaisiin aikaansaada tiheyden alaisemmalla pigmentillä, siitä olisi suurta taloudellista etua.

Tämän keksinnön tarkoituksena on poistaa nämä lujuusominaisuuksien huononemiseen liittyvät epäkohdat.

- 20 Keksintö perustuu siihen ajatukseen, että tavallisten jauhemaisten täyteaineiden ohella tai asemesta täyteaineena käytetään yhdistelmätuotetta, joka käsittää pigmenttipartikkeleita ja ne toisiinsa liittävää sideainetta. Toisiinsa sitoutuneet pigmenttipartikkelit muodostavat pigmentti-sideaine-rakennegranuulin. Tämä granuuli on muodoltaan pyörähdys-symmetrinen ja sillä on sisäosa ja kuoriosaa, jolloin sisäosan tiheys on kuoriosaa pienempi. Rakenteeseen sisältyy sideaineen ja pigmenttien lisäksi mahdollisesti lisäaineita. Olemme yllättäen todenneet, että tällainen yhdistelmätuote asettuu kuituradan kuitujen välisiin tiloihin niin, että kuitujen väliset sidokset eivät häiriinny ja rakenteelle luontainen lujuus säilyy.

Keksinnölle on tunnusomaista, että kuituradan valmistuksessa ainakin osa, vähintään 3 paino-% täyteaineen määrästä korvataan tällaisilla partikkeligranuuleilla.

- 30 Täsmällisemmin sanottuna keksinnön mukaiselle kuitupitoiselle radalle on tunnusomaista se, mikä on esitetty patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa. Keksinnön mukaiselle

menetelmälle hyvän vetolujuuden omaavan kuituradan valmistamiseksi on tunnusomaista se, mikä on esitetty patenttivaatimuksen 12 tunnusmerkkiosassa ja keksinnön mukaiselle menetelmälle kuituradan palonkesto-ominaisuuksien parantamiseksi on tunnusomaista se, mikä on esitetty patenttivaatimuksen 19 tunnusmerkkiosassa.

- 5    Keksinnön avulla saavutetaan huomattavia etuja. Käyttämällä keksinnön mukaista täyteainetta voidaan raaka-ainekustannuksia laskea ilman lujuusominaisuuksien huononemista ja jopa parantaa lopputuotteen mekaanisia ominaisuuksia. Toinen huomattava keksinnöllä saavutettava etu on, ettei lopputuotteen paino kasva kohtuuttoman suureksi, koska keksinnön mukaisen granuulin tiheys on pienempi kuin perinteisesti
- 10   käytössä olevien massiivipartikkelien.

Keksinnön muut ominaispiirteet ja edut käyvät ilmi seuraavasta yksityiskohtaisesta selostuksesta ja siihen liittyvästä sovellutusesimerkistä.

Kuviossa 1 on esitetty graafisesti vetolujuusindeksien muutos fillerimäärän funktiona

Kuviossa 2 on esitetty graafisesti mullenindeksien muutos fillerimäärän funktiona

- 15   Kuviossa 3 on esitetty graafisesti palstautumislujuuden muutos fillerimäärän funktiona

Kuvioissa 4, 5 ja 6 on mikroskooppikuva granuulifillerillä täytetyn paperin pinnasta, suurennoksilla n. 75X, 1175X ja 300X. Kuvien paperi sisältää 54 paino-% granuulia.

Keksinnön mukaisten partikkeligranuulien koko on yleensä 1 – 100  $\mu\text{m}$ , edullisesti noin 5 – 20  $\mu\text{m}$ . Päälyste-elementtien kokoa voidaan valmistusprosessilla säädellä prosessin

20   sallimissa rajoissa.

Keksinnön kohteena oleva täyteaine-elementti koostuu seuraavista komponenteista:

- pigmentti
- sideaine, etenkin emulsiomuodossa oleva synteettinen sideaine,
- vesi
- 25   – prosessointia helpottavat tai erityisominaisuuksia antavat funktionaaliset lisäaineet

Keksinnössä voidaan käyttää käytännöllisesti katsoen kaikkia tunnettuja yleisesti käytettyjä pigmenttejä ja niiden seoksia. Yleisesti käytettyjä pigmenttejä ovat esimerkiksi

mineraalipigmenttejä. Mineraalipigmentteihin kuuluvat esimerkiksi kaoliini, jauhetut tai saostetut kalsiumkarbonaatit, titaanidioksidi ja silikaattipohjaiset pigmentit.

Sideaineena voidaan käyttää edullisimmin erilaisia emulsiomuodossa olevia synteettisiä sideaineita, kuten esimerkiksi styreeni-butadieenilateksia tai polyvinylasetaatti-  
5 polyakrylaattipohjaisia latekseja, kuitenkin rajoittumatta vain mainittuihin esimerkkeihin.

Mahdollisesti käytettävät lisäaineet voivat esimerkiksi parantaa seoksen reologiaa tai muuttaa sen pintajännitystä, tai antaa lopulliselle tuotteelle erityisominaisuuksia kuten pintalujuutta, sähkönjohtokykyä, tai vaikuttaa mustan absorptioon. Lisäaineiden käyttö ei rajoitu vain mainittuihin esimerkkeihin vaan menetelmässä voidaan käyttää yleisesti  
10 käytettyjä funktionaalisia lisäaineita.

Pallomaiset tai muuten pyörähdyssymmetriset partikkeligranuulit tuotetaan kuivattamalla sideaineesta ja pigmentistä sekä mahdollisista lisäaineista koostuva vesiliete. Edellä mainitut komponentit sekoitetaan tällöin ensin yhteen käyttämällä tehokasta sekoitusta, jotta saadaan aikaan mahdollisimman homogeeninen seos tai suspensio/dispersio.

15 Kuivatustekniikan osalta spray-kuivatus soveltuu erityisen hyvin keksinnön mukaisten granuulien valmistukseen, mutta kuten ammattimiehelle on selvää, kuivatusmenetelmät eivät rajoitu vain spray-kuivatuksen, vaan myös muunlaiset kuivatustekniikat tulevat kysymykseen, kunhan niillä voidaan aikaansaada kyseisiä granuuleja. Kuivatuksessa on oleellista, että saadaan muodostetuksi erittäin hienojakoisia pisaroita, jotka kuivuvat  
20 toisistaan erillään. Pisaroiden koko tulee suuruusluokaltaan vastata haluttujen pigmenttigranuulien kokoa. Yleensä pisaroiden koko on siten noin 1,1 – 5 kertaa granuulien koko, tyypillisesti pisaran koko on noin 1 – 300 µm, edullisesti 5 – 100 µm, erityisen edullisesti korkeintaan 50 µm.

Keksinnössä käytettävät lähtöaine-pigmentit koostuvat tuotteista, joissa on erikokoisia  
25 partikkeleita. Kuivatuksen aikana muodostuvien partikkeligranuulien sisällä tapahtuu tällöin pigmenttien segregoitumista. Muodostuu sisäosa ja sitä ympäröivä kuorios. Kuoriosan paksuus pallorakenteen säteen suunnassa on yleensä noin 0,1 – 50 %, edullisesti 0,1 – 10 %, tyypillisesti 0,5 – 2 % granuulin säteestä.

Koska sisäosa sisältää enemmän karkeita partikkeleita kuin kuorios, pigmentti-sideaine-  
30 rakenteen sisäosan tiheys on pienempi kuin kuorios. Yleensä sisäosan tiheys on noin 10 –

- 90 %, edullisesti noin 40 – 80 % kuoriosan tiheydestä. Niinpä esimerkkinä voidaan mainita, että kun partikkeligranuuli muodostuu pigmenttipartikkeleista, joiden tiheys on noin 2400 – 3100 kg/m<sup>3</sup>, sisäosan tiheys on noin 1100 – 1500 kg/m<sup>3</sup> ja kuoriosan noin 1700 – 2000 kg/m<sup>3</sup>. Tavallisimmat käytettävät pigmentit ovat tiheydeltään 1500 – 7000 kg/m<sup>3</sup>, jolloin granuulin kokonaistiheys on 450 – 6300 kg/m<sup>3</sup>, sisäosan tiheys 50 – 5700 kg/m<sup>3</sup> ja kuoriosan tiheys 600 – 6300 kg/m<sup>3</sup>. Tavallisesti pigmentti-sideaine-rakenteen sisäosa sisältää tällöin suhteessa kuoriosaan karkeampia pigmentti-partikkeleita. Sisäosan huokoisuus on myös kuoriosan huokoisuutta suurempi; sen huokostilavuus on tavallisesti noin 15 – 70 tilavuus %, edullisimmin noin 30-60 %.
- 10 Partikkeligranuulien sisäosassa on vähemmän sideainetta kuin pintaosassa. Yleensä noin 55 – 95 paino-% partikkeligranuulien kokonaissideainemäärästä on granuulien kuori- eli pintaosassa.
- Partikkeligranuuli sisältää noin 1 – 30 paino-osaa, edullisesti noin 2 – 20 paino-osaa, sideainetta 100 paino-osaa pigmenttipartikkeleita kohti. Kuorikerros käsittää tällöin
- 15 hienojakoisia pigmenttipartikkeleita, kuten esimerkiksi metallisilikaatti-, metallsulfaatti tai metallikarbonaattipartikkeleita, jotka ovat sitoutuneet toisiinsa silloitettun sideaineen välityksellä, jolloin ne muodostavat hienojakoisen ja joustavan kalvon, joka ympäröi sisäosaa.
- Esillä olevassa keksinnössä käytetään ilmaisuja "pigmentti-sideaine-rakenne" ja
- 20 "partikkeligranuuli" toistensa synonyymeina ja ne tarkoittavat partikkelien ja sideaineen ja mahdollisten lisäaineiden muodostamaa yhtymää tai yhdelmää, jossa on useita toisiinsa liittyneitä partikkeleita. Kaikki rakenteen partikkelit eivät kuitenkaan välttämättä ole toisiinsa liittyneitä, vaan rakenteen sisäosalla, joka on sideaineköyhää, ei ole lähes aina kovin suurta mekaanista lujuutta.
- 25 Keksinnön mukaisen, kuitupitoisen radan valmistus aloitetaan kuitujen ja lisäaineiden sekoittamisella veteen ja laimentamisella sopivaan sakeuteen. Kuitupitoinen rata voi olla esimerkiksi paperi- tai kartonkirata. Kuitumateriaalina voidaan käyttää havu- tai lehtipuuselluloosaa tai mekaanista massaa. Kuiturata voi koostua yksinomaan mekaanisesta massasta tai sellusta, mutta tavallisimmin papereissa käytetään molempia
- 30 massalaatuja ja paperin käyttötarkoitus ratkaisee massapohjan. Täyteaineena käytetään keksinnön mukaista, granuloitua täyteainetta joko yksinään tai yhdistettynä muihin

täyteaineisiin. Muilla täyteaineilla tarkoitetaan tässä lähinnä mineraalisia täyteaineita kuten kaoliini, kalsiumkarbonaatti ja talkki. Raaka-aineet sekoittamalla saatua massaa kutsutaan kuitusulpuksi ja sen koostumus vaihtelee sen mukaan, mitä kuitutuotetta valmistetaan. Sulppu sisältää tavallisesti 95 % vettä ja kuitua sekä lisäainetta siinä suhteessa kuin ne ovat valmiissa kuitutuotteessa. Näin ollen kiintoainemäärästä on kuitumateriaalia 40-90 % ja lisä- ja apuaineita (sisältäen täyteaineet) 10-60 %.

Tämä seos levitetään liikkuvalla, vettä läpäisevällä muovikankaalle eli viiralle jossa kuituraina muodostuu veden poistuesssa. Vesi poistetaan kuitusulpusta ja kuitupitoisesta radasta käyttämällä apuna imua, puristusta ja haihdutusta. Imulla saavutetaan noin 20 prosentin kuiva-ainepitoisuus. Kun märkää paperirainaa puristetaan huopien ja telojen välissä, päästään noin 45 prosentin kuiva-ainepitoisuuteen. Loppukuivatus 90-95 prosentin kuiva-ainepitoisuuteen saadaan aikaan, kun vesi poistetaan radasta kuumien sylintereiden ja kuivatushuopien avulla.

Keksinnön mukaisen kuituradan laatua ja ominaisuuksia voidaan haluttaessa muuttaa joko paperikoneeseen kiitetyllä tai erillisellä kalanterilla (kiillotus) ja/tai päällystysyksiköllä, jossa paperin pinnalle levitetään päällystyspasta. Paperi voidaan päällystää myös useampaan kertaan. Päällystysen jälkeen paperirata kuivatetaan. Valmis rata kootaan paperirullaksi, joka leikataan jatkojalostukseen sopiviksi kapeammiksi rulliksi tai arkeiksi.

Keksinnön mukainen kuiturata voi olla myös non-woven-kuitutuote. Non-woven-kuitutuotteella tarkoitetaan levy-, arkki- tai verkkorakenteita, jotka rakentuvat kuitujen tai filamenttien kietoutuessa toisiinsa mekaanisesti, termisesti tai kemiallisesti sitoutumalla.

Koeohjelmassa, jossa kokeiltiin keksinnön mukaisia granuuleita paperin täyteaineena, tehtiin yllättävä havainto. Granuloidun täyteaineen lisääminen selluloosa-arkkiin SCAN-standardien mukaisissa laboratoriokokeissa tuotti huomattavasti odotettua korkeampia lujuusarvoja sekä vetolujuudelle että puhkaisulujuudelle (Kuviot 1-3). Kuvioissa 100 % viivan yläpuolella arkki on lujempi kuin siinä oleva sellu edellyttää. Viivan alla selluloosakuitujen välisten sidosten lujuus on alentunut, 75 % ja 50 % rajat on merkitty kuvioon.

Yleisesti lujuus aleni korkeintaan sen verran, kuin sellun määrän väheneminen edellytti, mutta lisäksi tehtiin selvä havainto lujuuden säilymisestä jopa tämän tason yläpuolella. Käyrät osoittavat, että granuulifilleri ei heikennä selluloosakuitujen välisiä sidoksia. Veto-



ja Mullen-indeksien 100 %:n viivan yläpuolelle osuvissa pisteissä granuli on itse asiassa osallistunut arkin lujuuden muodostumiseen, eli vaikutus on täysin päinvastainen kuin tavanomaisia täyteaineita käytettäessä.

5 Palstautumislujuuden pysyminen muuttumattomana jopa 30% täyttöasteeseen on myös yllättävä havainto, oikeastaan juuri palstautumislujuuden kohdalla erot perinteiseen tekniikkaan ovat suurimmat. Toisin sanoen granuloidun täyteaineen todettiin pystyvän lujittamaan paperia.

10 Sekä granuulitäyteaineita että perinteisiä täyteaineita käytettäessä paperin lujuus riippuu myös käytetyistä sideaineista. Perinteisillä täyteaineilla saadut vertailutulokset ovat varsin tavanomaisia ja käyttäytyvät johdonmukaisesti, mikä osoittaa laboratoriotyön laadun hyväksi ja tulokset toistettaviksi. Käytettäessä vertailumateriaalina tavanomaista täyteainetta, kuten kalsinoitua kaoliinia, 10 % lisäysmäärä alentaa laboratorioarkin vetolujuutta n. 20-30 % täyteaineen partikkelikoon mukaan, kuten oli odotettavissakin. Kun arkissa on täyteaineena vastaava määrä granuloitua täyteainetta, lujuus laskee vain 5-  
15 10 %.

Mitatut lujuusarvot osoittavat, että keksinnön mukaista täyteainetta on mahdollista käyttää samankokoista pitoisuutta kuin perinteisessä tekniikassa ja saavuttaa huomattavasti parempi lujuus. Vaihtoehtoisesti voidaan keksinnön mukaista täyteainetta käyttää jopa kolminkertainen määrä perinteiseen tekniikkaan verrattuna lujuuden pysyessä samana.

20 Granuloidun täyteaineen suotuisa vaikutus lujuuteen johtunee pääasiassa kahdesta tekijästä. Granuloidun täyteaineen partikkelikoko ( $\phi$  1 – 100  $\mu$ m) ja pyörähdyssymmetrinen muoto aiheuttavat sen, ettei granuuli jää kovin helposti kahden selluloosakuidun kosketuspintojen väliin jolloin selluloosakuitujen väliset sidokset eivät häiriidy. Toinen tekijä on, että täyteainegranuulit sitoutuvat ympäröiviin kuituihin ja  
25 kykenevät kontaktipisteiden kautta välittämään rasituksia kuitujen välillä.

Hyvien lujuusarvojen lisäksi havaittiin granuulitäyteaineella täytetyn paperin muistuttavan pinnaltaan kevyesti päällystettyä paperia kalanteroinnin jäljiltä (Kuviot 4-6).

Termoplastista sideainetta käytettäessä granuuli muokkautuu kalanteroitaessa plastisesti lämmön ja paineen yhteisvaikutuksesta. Paperin pintakerroksessa granuulit muokkautuvat  
30 tasomaisiksi paperin pinnan mukaisesti. Korkeammalla granuulitäyteainepitoisuudella seostettu paperi tuottaa siis pinnaltaan laadukkaamman pohjapaperin esim. päällystystä

varten ja päällystystarve vähenee. Jo yli 20 % täyteainepitoisuudella paperin pinnanlaatu paranee niin, että päällystystarve vähenee.

- 5 Granuloitua täyteainetta lisättiin kokeissa enimmillään lähes 60 painoprosenttia eikä määrän lisääminen entisestään 5 – 10 prosentilla vaikuta tuottavan vaikeuksia. Perinteistä vertailupigmenttiä käytettäessä 30 painoprosentin täyteainepitoisuuden lähestyessä arkin valmistaminen vaikeutui suuresti.

- 10 Kun täyteaineena käytetään keksinnön mukaista, granuulimuodossa olevaa täyteainetta, saavutetaan paremmat palonkesto-ominaisuudet kuin käyttämällä tavallisia täyteaineita. Tämä ominaisuus perustuu siihen, että käytettäessä kalsiumkarbonaattipohjaisia granuuleita lämpötilan noustessa yli 600 °C karbonaatti hajoaa vapauttaen hiilidioksidia ja sitoen voimakkaasti lämpöä, molemmat ovat paloa estäviä ominaisuuksia. Mineraalifillerit yleensäkin haittaavat palamista, mahdollisuus käyttää granuloitua filleriä suurempana osuutena materiaalista kuin perinteisiä fillereitä parantaa palonkestoa.

- 15 Seuraavissa esimerkeissä on kuvattu granuulifillerin valmistus ja käyttö sekä vertailunäytteiden valmistus.

### Esimerkki 1 Granuulifillerin valmistus

Granuloitava pigmentti lietettiin kuiva-aineeltaan 50 p-% lietteeksi, liettämisessä käytettiin dispergointiainetta, 0,2 p-% Dispex N40.

- 20 Pigmenttinä voidaan käyttää mitä tahansa epäorgaanista, partikkelikooltaan korkeintaan muutaman mikrometrin olevaa jauhetta. Esimerkissä on käytetty hienojakoista PCC:tä, jota on kaupallisina tuotteina saatavana mm. SMI:n valmistamat Multifex-MM, Ultra-Pflex, Super-Pflex, Opacarb A40, Jetcoat ja Albafil tai Omyan valmistamat Opti-Cal päällystys-PCC:t.

- 25 Pigmenttilietteeseen sekoitettiin sideaineeksi akrylaattilateksia. Esimerkissä granuulin kuiva-aineesta lateksia on 7 p-%.

Pigmentin ja sideaineen sisältävä liete spraykuivataan. Esimerkissä käytettiin Niron valmistamaa, Mobile Minor-tyyppistä laboratoriospraykuivainta, jonka ajoparametrit olivat:

lietteen syöttönopeus 50 ml/min

atomisoijan pyörimisnopeus n. 25000 kierrosta minuutissa

kuivausilman lämpötila 200 – 250 °C

ulostulevan ilman ja granuulien lämpötila n. 110 °C

## 5 Esimerkki 2. Granulifillerin käyttö täyteaineena

Selluloosa, 100% eukalyptus, liotettiin ja jauhettiin 30 min. SCAN-C 25:76 mukaisesti Valley-hollanterissa. Jauhetun kuidun pituuspainotteinen keskipituus oli n. 0,84 mm ja hienoainesta oli pituuspainotteisesti 2,1 % sellusta FiberLab-mittauksen mukaan.

10 Granuulit liotettiin veteen kuiva-ainepitoisuuteen 10 p-%, dispergointi- tai apuaineita ei käytetty.

Jauhettua selluloosaa ja fillerilietettä sekoitettiin veteen siten, että sulpun kuiva-ainepitoisuudeksi saatiin n. 2,4 g/l, kuiva ~~ainepitoisuus~~ arkin neliöpaino oli 80 g/m<sup>2</sup> ja tavoiteltu granuulipitoisuus tuorevesiarkkikoneella valmistetuissa arkeissa oli 20 %.

15 Sulpun filleripitoisuus oli tällöin n. 26 %, ~~retentio~~ retentio n. 70 %. Eri filleripitoisuuksille ja arkkipaksuuksille seosmääriä muutettiin vastaavasti. Jokaisesta selluerästä valmistettiin myös sarja puhtaita selluarkkeja vertailua varten.

20 Sulppuun sekoitettiin kaksikomponenttinen retentioaine. Ensimmäiseksi lisättiin 0,5 % kuiva-aineesta kationista tärkkelystä 2-%:na liuoksena. Huolellisen sekoituksen jälkeen lisättiin 0,05 % silikasoolia silloittajaksi. Tämä retentiosysteemi on yleisesti käytössä paperiteollisuudessa.

Sulpusta valmistettiin arkit, SCAN-C 26 mukaisilla laitteilla, työtavat SCAN-C 26:76 ja SCAN-M 5:76 mukaiset sillä poikkeuksella, että arkit kuivattiin rumpukuivauksella. Rumpukuivaus tarvittiin, koska arkit kalanteroitin.

25 Kuivatut arkit ilmastoitiin, 24 h lämpötilassa 25 °C, suhteellinen kosteus 50 %. Ilmastoidut arkit kalanteroitin kevyesti, kalanterointilämpö oli n. 65 °C, minkä jälkeen ilmastointi suoritettiin uudelleen.

Arkkienvetolujuudet mitattiin Lorentzen & Wettren Tensile Tester-laitteella, puhkaisulujuudet Lorentzen & Wettren Mullen-laitteella ja palstautumislajuudet Scott Internal Bond Model B-testilaitteella, kutakin laitetta käytettiin tavanomaisten työtapojen ja laitteiden ohjeiden mukaisesti.

- 5 Veto- ja Mullen-indeksit laskettiin jakamalla mittaustulos kulloisellakin arkin neliöpainolla.

Vertailukäyrässä on esitetty indeksiarvon poikkeama kunkin mittausarjan puhtaasta selluarkista. Poikkeaman arvo saadaan:

$$\text{poikkeama} = (X_{\text{fn}} - X_{\text{ps}}) / X_{\text{ps}} \cdot 100 \%,$$

- 10 missä

$X_{\text{fn}}$  on tarkasteltavan, filleriä sisältävän näytteen mitattu indeksiarvo

$X_{\text{ps}}$  on tarkasteltavaa näytettä vastaava puhtaasta sellusta valmistettu arkki

### Esimerkki 3. Keksintönsä käytetyt fillerit

- 15 Vertailussa käytettävistä kaupallisista fillereistä valmistettiin arkit samalla menetelmällä kuin granuulifilleristä. Vertailufillerit on esitetty taulukossa 1.

Taulukko 1.

Filleri	Kuvaus
Omycarb 2 GU	Karkea GCC, partikkelikoko $d_{50}$ n. $2,5 \mu\text{m}$
F-PCC	Skalenohedrinen filleri-PCC, partikkelikoko $d_{50}$ n. $2,4 \mu\text{m}$
Alphatex	Kalsinoitu kaoliini $d_{50}$ n. $0,7 - 0,9 \mu\text{m}$
Opacarb A40	Päällyste-PCC $d_{50}$ n. $0,4 \mu\text{m}$

Käytetty filleri-PCC oli valmiiksi lietty n. 18 p-% lietteeksi, GCC ja kalsinoitu kaoliini lietettiin ilman apuaineita 10 p-% lietteeksi. Myös opacarb oli valmiiksi liettyä.

- 20 Vertailunäytteitä valmistettaessa käytettiin samoja retentioaineita ja työtapoja kuin granuulifillereitä käytettäessä.

Vertailunäytteiden mekaaniset ominaisuudet mitattiin samoilla laitteilla ja tulokset käsiteltiin samalla tavalla kuin granuulifillereitä käytettäessä.

## Patenttivaatimukset

1. Kuitupitoinen rata, joka sisältää täyteainetta, t u n n e t t u siitä, että täyteaine on granuulimuodossa oleva, muodoltaan pyörähdyssymmetrinen aine, jolla on sisäosa ja  
5 kuoriosaa, jolloin sisäosan tiheys on kuoriosaa pienempi.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että täyteainegranuulin sisäosan tiheys on noin 10 – 90 %, edullisesti noin 40 – 80 % kuoriosan tiheydestä
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen, kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että  
10 täyteainegranuuli koostuu pigmenttipartikkeleista ja sideaineesta.
4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että pigmenttipartikkelien tiheys on  $1500 - 7000 \text{ kg/m}^3$ , edullisesti noin  $2000 - 3100 \text{ kg/m}^3$ .
5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen, kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että täyteainegranuulin tiheys on  $400 - 6300 \text{ kg/m}^3$ , edullisesti  $600 - 2800 \text{ kg/m}^3$  jolloin  
15 sisäosan tiheys on noin  $50 - 5700 \text{ kg/m}^3$ , edullisesti  $700 - 1500 \text{ kg/m}^3$  ja kuoriosan tiheys on noin  $600 - 6300 \text{ kg/m}^3$ , edullisesti  $1700 - 2000 \text{ kg/m}^3$ .
6. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että täyteainegranuulin sisäosa sisältää suhteessa kuoriosaan karkeampia pigmenttipartikkeleita.
7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että täyteainegranuulin sisäosan huokoisuus on kuoriosan huokoisuutta suurempi, jolloin sisäosa huokostilavuus on 10 – 70 tilavuus %, edullisimmin noin 30 - 60 tilavuus-%.
8. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että täyteainegranuulin kuoriosaa käsittää metallisilikaatti-,  
25 metallisulfaatti tai metallikarbonaattipartikkeleita, jotka ovat sitoutuneet toisiinsa silloitettuna sideaineen välityksellä, jolloin ne muodostavat tiheän kalvon, joka ympäröi sisäosaa.
9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kuitupitoinen rata, t u n n e t t u siitä, että  
30 täyteainegranuulin täyteainepartikkelit ovat mitä tahansa epäorgaanista ainetta, esimerkiksi kaoliineja, jauhettuja tai saostettuja kalsiumkarbonaatteja.

10. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen kuiturata, t u n n e t t u siitä, että granuloidun täyteaineen partikkelikoko ( $\phi$ ) on 1 – 100  $\mu\text{m}$ , edullisesti 5 – 50  $\mu\text{m}$ .

11. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen kuiturata, t u n n e t t u siitä, että granuulimuodossa oleva aine on plastisesti muovautuva paineen ja/tai lämpötilan vaikutuksesta.

12. Menetelmä täyteainetta sisältävän, hyvän vetolujuuden omaavan kuitupitoisen radan, kuten kartonki-, paperi- tai non-woven -radan, valmistamiseksi, jonka menetelmän mukaan kuitupitoiseen rataa sisällytetään täyteainetta, t u n n e t t u siitä, että täyteaineena käytetään granuulimuodossa oleva, muodoltaan pyörähdysymmetrinen aine, jolla on sisäosa ja kuoriosaa, ja sisäosan tiheys on kuoriosaa pienempi.

13. Patenttivaatimuksen 12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuituradan täyteaineesta ainakin 10 paino-% koostuu granuloidusta täyteaineesta, jolloin sen vetolujuus on ainakin 10 % parempi kuin vastaavan kuituradan, joka sisältää olennaisesti kokonaan jauhattua mineraalipigmenttiä.

14. Patenttivaatimuksen 12 tai 13 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään granuloitua täyteainetta, jonka partikkelikoko ( $\phi$ ) on 1 – 100  $\mu\text{m}$ , edullisesti 5 – 50  $\mu\text{m}$ .

15. Patenttivaatimusten 12-14 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että granuloitua täyteainetta käytetään 0,1 - 80 %, edullisimmin 3 – 60 % radan kuivapainosta.

16. Patenttivaatimusten 12-15 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että täyteainetta sisältävä kuiturata päällystetään päällystyskoostumuksella.

17. Patenttivaatimusten 12-16 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ennalta määrätyn opasiteettitasen saavuttamiseen käytetään 30 % vähemmän päällystyspigmenttiä kuin vastaavan opasiteettitasen saavuttamiseen kuiduradalla, joka sisältää jauhernaisia mineraalipigmenttejä.

18. Patenttivaatimusten 12-17 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että granuulimuodossa oleva aine on plastisesti muovautuva paineen ja/tai lämpötilan vaikutuksesta.

19. Menetelmä täyteainetta sisältävän, hyvän vetolujuuden omaavan kuituradan palonkesto-ominaisuuksien parantamiseksi, t u n n e t t u siitä, että täyteaineena käytetään granuulimuodossa olevaa, muodoltaan pyörähdysymmetristä, massiivista ainetta jolla on sisäosa ja kuoriosaa, ja sisäosan tiheys on kuoriosaa pienempi.

20. Patenttivaatimuksen 19 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuituradan täyteaineesta granuulimuodossa oleva aine muodostaa ainakin 10 paino-%.
21. Patenttivaatimuksen 19 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että granuulimuodossa oleva aine muodostaa 50 – 100 paino-% kuituradan täyteaineesta.
- 5 22. Patenttivaatimuksen 19 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että granuulimuodossa oleva aine on plastisesti muöväutuva paineen ja/tai lämpötilan vaikutuksesta.



(57) Tiivistelmä

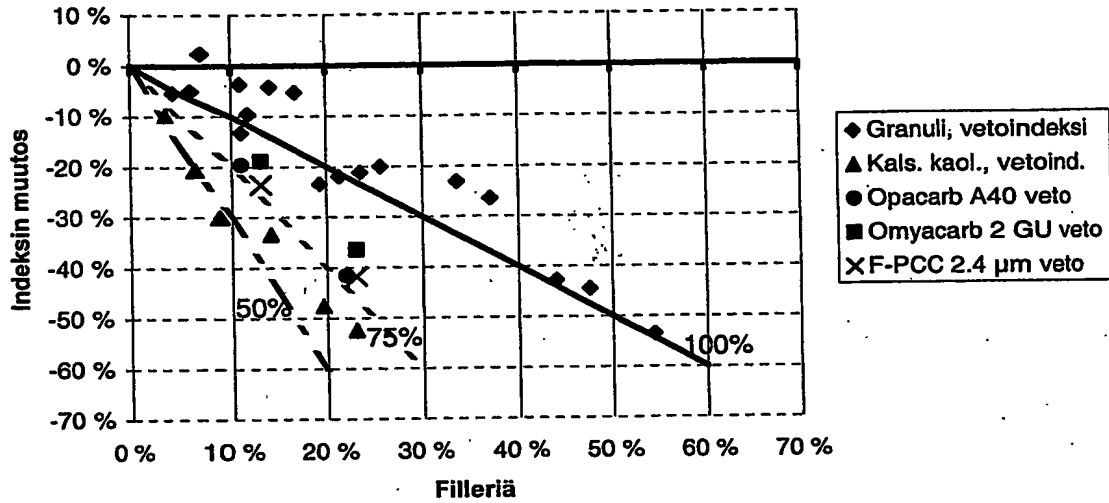
Keksintö koskee täyteainetta sisältävää kuitupitoista rataa, ja menetelmää sen valmistamiseksi.

Täyteainetta sisältävä kuitupitoinen rata käsittää granuulimuodossa olevan, muodoltaan pyörähdyssymmetrisen aineen, jolla on sisäosa ja kuoriosaa, jolloin sisäosan tiheys on kuoriosaa pienempi. Granuuli sisältää sideaineen välityksellä toisiinsa liittyneitä pigmenttipartikkeleita.

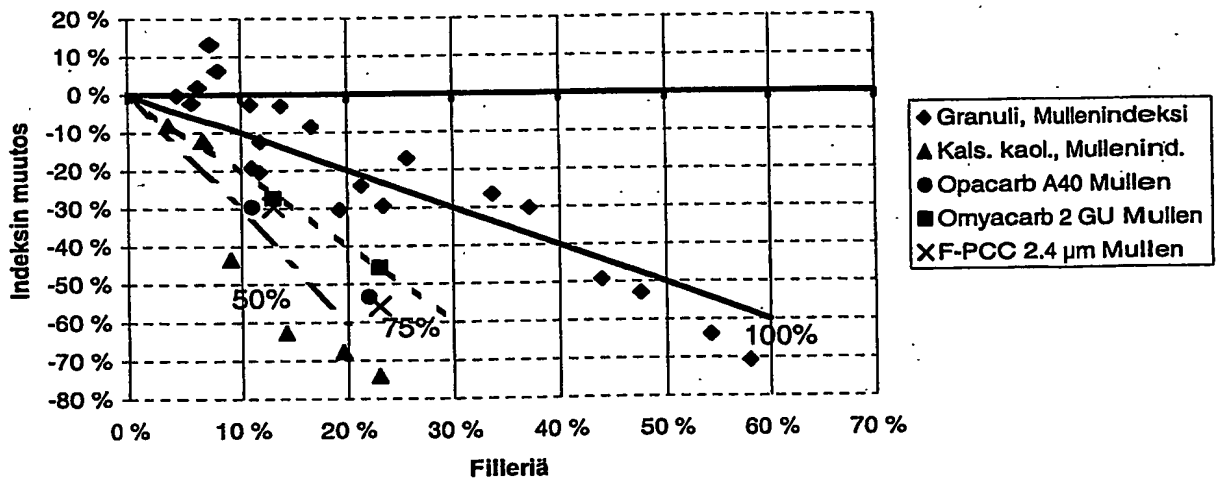
Keksinnön mukaan kuitupitoinen rata voi olla esimerkiksi paperi-, kartonki- tai non-woven -rata. Kuituradalla on hyvä vetolujuus ja hyvät palonkesto-ominaisuudet.

L5

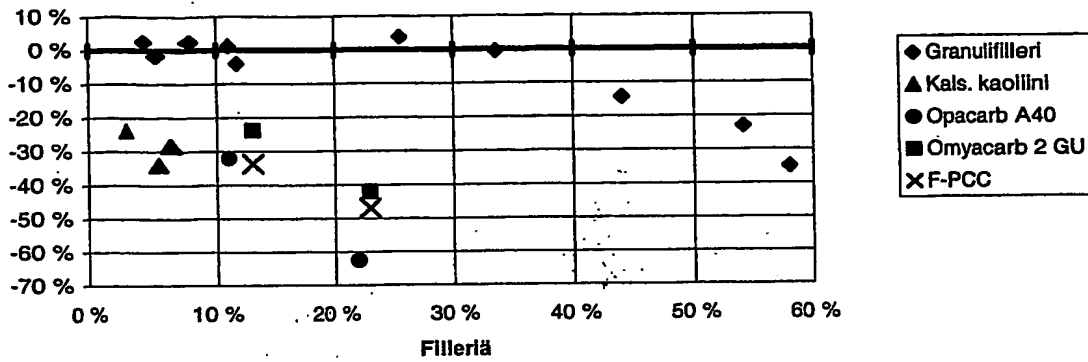
1



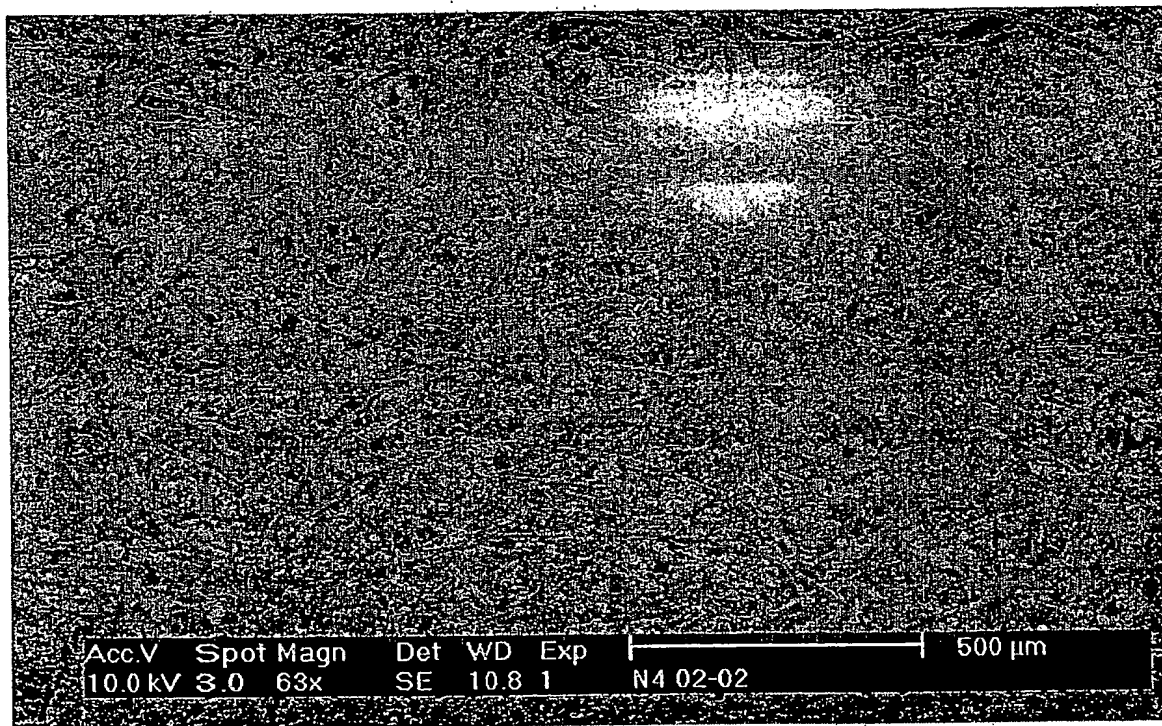
Kuvio 1. Vetolujuusindeksien muutos selluun (eukalyptus) verrattuna



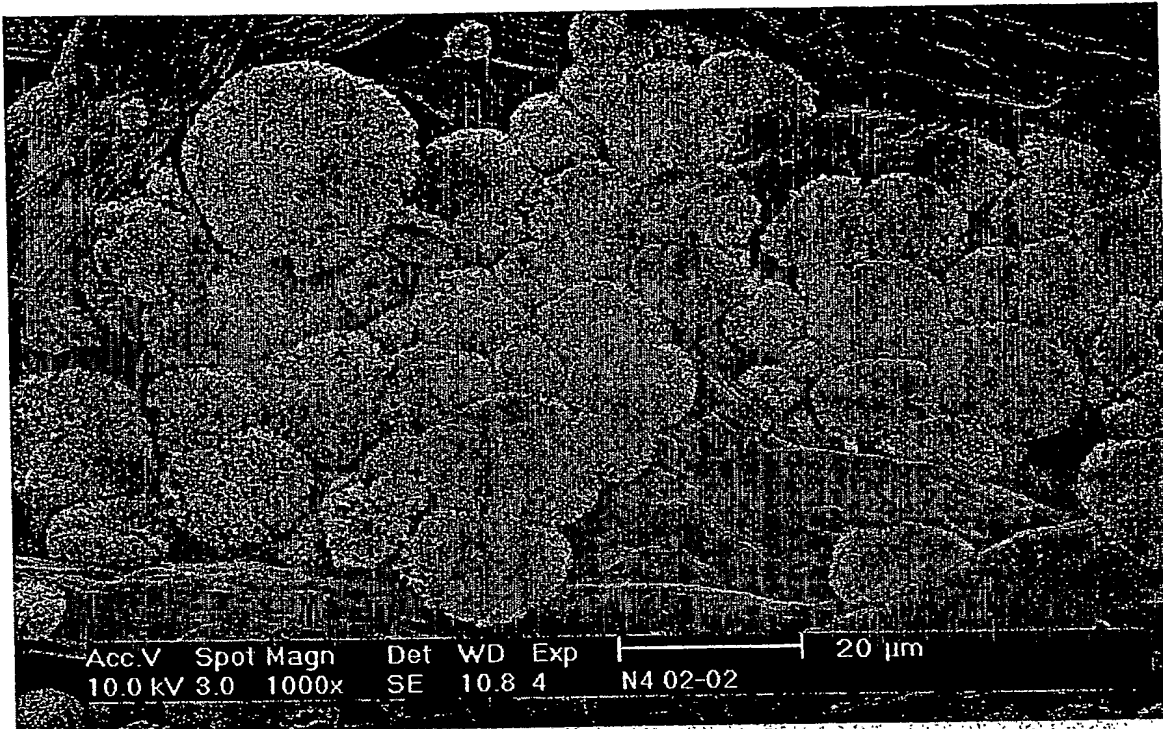
Kuvio 2. Mullenindeksien muutos selluun (eukalyptus) verrattuna



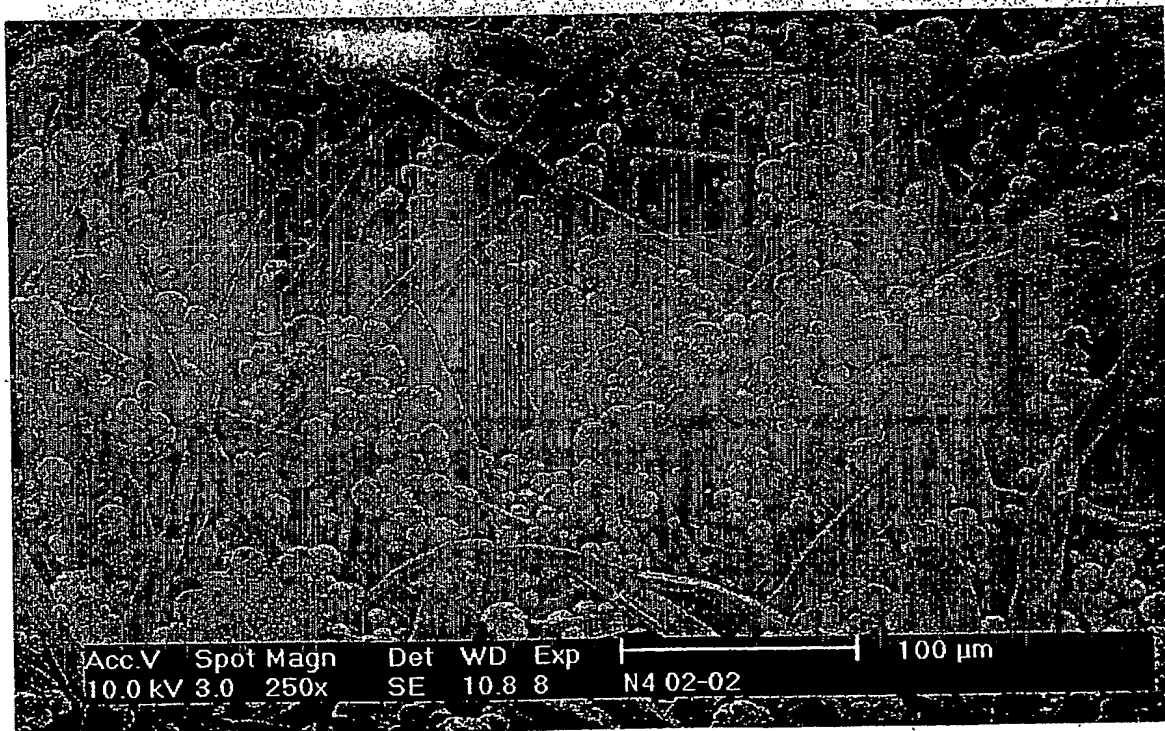
Kuvio 3 Palstautumislujuuden muutos puhtaaseen selluun verrattuna



5 Kuvio 4 Granulifillerillä täytetyn paperin pintaa, suurennos n. 75X. Paperi sisältää 54 paino-% granuulia.



Kuvio 5 Granuulifillerillä täytetyn paperin pintaa, suurennos n. 1175X. Paperi sisältää 54 paino-% granuulia.



5 Kuvio 6 Granuulifillerillä täytetyn paperin pintaa, suurennos n.300X. Paperi sisältää 54 paino-% granuulia.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**